

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

アメリカ合衆国
1972年1月28日
第221,670号



特 許 願

昭和48年1月27日

特許庁長官 三宅 幸夫 殿

1. 発明の名称 電子顕微鏡
2. 特許請求の範囲に記された発明の数 2
3. 発明者
住所 アメリカ合衆国カルホルニア94087
氏名 サニーバル・マラステノドライブ・1178
氏名 クラウス・ハイネマン

4. 特許出願人
住所 アメリカ合衆国ワシントン・デー・シー 20546
氏名 アメリカ合衆国
代理人 エス・ネイル・ホーゼンボール
氏名 アメリカ合衆国

5. 代理人 〒105
住所 東京都港区西新橋2丁目3番6号
氏名 (6718) 井堀士 鈴木 郁

添付書類の目録 電話(436)3527

- (1) 明細書 1通
(2) 図面 1通
(3) 願書副本 1通
(4) 委任状及び訳文 各1通
(5) 優先権証明書及び訳文 各1通
尚、(a)の書面は追って補充する。



48 010704 方式審査

明 細 書

1. 〔発明の名称〕

電子顕微鏡

2. 〔特許請求の範囲〕

第 1 項

電子の流れを発生する電子源、該電子の流れを試料へ集めるための集束レンズ、該試料を通過する電子を像面へ集めるための環状の対物レンズ絞りをもつ対物レンズからなる電子顕微鏡。

第 2 項

集束レンズ絞りの面中に環状の絞りを位置させて中空の電子の円錐を形成し、焦点を合わされた顕微鏡の対物レンズ絞りの面および該電子の通る中に第1の金属層を位置させて該電子に照射された区域中の第1の該金属層上に残留ガス分子の蒸

⑬ 日本国特許庁

公開特許公報

⑪特開昭 48 85069

⑬公開日 昭48.(1973) 11.12

⑪特願昭 48-10704

⑫出願日 昭48.(1973) 1.27

審査請求 未請求 (全7頁)

庁内整理番号 ⑫日本分類

7058 54 99 C21/
7058 54 99 C209

成層を形成し、この蒸成層によつてカバーされていない第1の金属層の表面の部分上に第2の金属層を位置させ、そしてこの複合構造体の該第2の金属層の反対側を、該第1の金属層および該蒸成層を超える深さにエッチングする諸工程からなる環状の絞りをもち電子顕微鏡の対物レンズ絞りプレートを形成する方法。

5. 〔発明の詳細な説明〕

本発明は、粒子放射装置、より詳細には色収差を除きかつ球面収差を不活性化する環状の対物レンズ絞りをもち電子顕微鏡、および環状の対物レンズ絞りをつくる方法に関する。

簡単にいえば、本発明の電子顕微鏡は、電子源、試料上に電子の立体の円錐を形成する円形の絞りまたは電子の中空の円錐を試料へ集める環状の絞

りをもつ集束レンズ、および試料を通つた電子を像面上に集める環状の対物レンズ絞りをもつ対物レンズを含む。円形および環状の集束レンズ絞りは、従来法によつて有利につくることができる。しかしながら、非常に小さな環状の対物レンズ絞りは従来法によつて有利につくることができない。本発明は、電子の像形成、電解およびイオン・エフテンダ法を含む対物レンズ絞りの製造法をも包含する。

本発明の主な利点は、高性能の電子顕微鏡の解像力および輝度が実質的に改良されるということである。

本発明の他の利点は、添付図面のいくつかの図に例示された好適な型像についての以下の説明から明白となるであろう。

第1図を参照すると、電子源10、環状の絞り15



- 3 -

実験的配設に要求されるよりは非常にすぐれた数学的近似において色収差に従わないことそして像の情報のすべてはただ1つの特定の最適なデフォーカス・セッティング (Defocus setting) において与えられることが数学的に証明される。

円錐の試料の照射を環状の対物レンズ絞りをもつ系において使用し、この照射および対物レンズ絞りの円錐角が同じであるとき、環状の集束レンズ絞りの大きさによつて決定される最大より小さないずれの空間振動数 (Space Frequency) (相反試料距離) はほとんど理論的に均一なコントラストで通過されるということを示すことができる。

好ましい態様において、集束レンズ絞り15の大きさは通常直径が1-3mm程度であり、開口面



- 4 -

をその中にもつ集束レンズ絞りプレート14を有する集束レンズ12を含む電子顕微鏡が示されている。試料16の反対側に、環状の絞り21をその中にもつ対物レンズ絞りプレート20を有する対物レンズ18が位置する。電子源10により発生した電子のビーム22は、集束レンズ12により集められ、環状の絞り15を通り、試料16上の一点に集められる電子の中空の円錐を形成する。電子が試料16を通ると、電子は再び対物レンズ18により環状の対物レンズ絞り21を通り、像面24中の一点に集められる。

環状の集束レンズ絞りを使用して中空の円錐照射を形成するとき、ゼロ次の回折は対物レンズのそれぞれの環状区域を通る。対物レンズの特定の区域からの電子を使用する像形成過程はいずれも



- 4 -

区域の幅が約100ミクロンである。第2図に示されているように、絞りの内部は開口部を3つの区域に分割する3本の線によつて支持されている。

このように絞りは慣用技術に従って機械的方法などによつてつくることができる。しかしながら、対物レンズ絞りの環状レンズ絞り21 (第3図)、は集束レンズ絞り15より直径が通常約50倍小さく (たとえば、直径が約50μm、厚の幅が3μmである) 製造するのが非常に困難である。適当な対物レンズ絞りをもつ絞りプレートを製造する好適な方法は第4-8図に段階的に示されており、以下の施工工程を含む。

1. まず、厚さが約500オングストローム (Å) のニオブオンのフィルム54を、ふつうの絞りプレート56上に支持された細の試料グリッド58



- 410 -



- 4 -

の上に張る。

2、次いで、数百Åの厚さの金属の層もしくはフィルム36を、第4図に示すようにコロジオンのフィルム30の上面に蒸着させる。金属フィルム36は連続であつて、電気伝導性ではなくて、フィルム36に銀を使用するとき、約500Åの厚さが適当である。

3、次に、フィルム36、フィルム30、およびグリッド32を含む作製した複合構造体を、第1図に示されるような、環状の集束レンズ絞りをもつ電子顕微鏡の規則的に組み立てられた対物レンズ絞りスライダへそり入する。選択された区域の目折方式で操作される顕微鏡では、環状の集束レンズ絞りの第1の像が生じそして対物レンズ絞りが位置する対物レンズの背後の



- 7 -

ので、電子の像が像面24上にまだ観察されうることには注意すべきである。

4、次いでこの複合構造体を顕微鏡から取り出し、2500°FのCuSO₄、1000 mμのH₂O、および5 mμのH₂SO₄からなる電解溶液中に浸漬し、金属フィルム40の薄い層40を、第6図に示すようにフィルム36の露出表面上に電気的に成長させる。好適な態様における金属層40は銅からなり、厚さがほぼ10000Åである。

5、次に、この複合構造体をイオン、エッチング装置へ入れ、下方から金属層40の反対側から、ガス放電槽からのイオンで衝撃する。イオン、好ましくはアルゴンは最初にコロジオンのフィルム30、次いで第1の金属フィルム36、最後に第3の金属フィルム40の一部を蒸着



- 8 -

焦点面は、像面24（顕微鏡のスクリーン）へ像形成される。

金属フィルム36上へ現われる集束レンズ絞り15の像では、第5図に示されるように、残存ガス分子の分解によつて生ずる蒸着層（Contamination Layer）38は、金属フィルム36の頂部上の照射区域中に形成する。

電子ビームの十分な露出は、100 KVで操作する顕微鏡ではほぼ1アンペア・秒/cm²である。蒸着層38は集束レンズ絞り15の永久像を与え、将来の環状対物レンズ絞り21に要求される寸法に相当する環状の寸法をもつ。換言すれば、蒸着層38によつて与えられた区域は、最終の絞りプレート中に開口される。この工程において、フィルム30および36はまだ電子に対して透明である



- 9 -

層36とともにエッチングし去る。このエッチング過程で、光学顕微鏡を用いて絞りを観察し、蒸着層38を除くのに十分な厚さにエッチングされたかを決定する。蒸着層38がエッチングされたとき、エッチングを中断する。

6、最後に、安定化ときれにするためにこの複合構造体の表面へ第3の金属層42を蒸着させることができる。好適な態様において、厚さはほぼ1000Åの金の金属層を設ける。この時点において、絞りプレート20は完成し、使用のため電子顕微鏡へそり入できる。

対物レンズ絞りプレート20の特徴は特定の集束レンズ絞りプレート16および対物レンズ18に独特に関連するものであるから絞り21は必然的に絞り18に等しく対応しなくてはな



らないことが理解されよう。さらに、環状の絞り
21の寸法の主な決定要素は電子ビームの横断面
であるから、対物レンズ絞りの大きさは集束レン
ズ12または対物レンズ18のいずれかの集束特
性(焦点距離)を単に変化させることにより増大
または減少できる。

本発明の製造法に含まれる操作工程は寸法に関
する高度の正確さで特徴づけられているので得ら
れた絞りは精度が高い。また、絞りの製造法は高
度の再現性を有する。

本発明の方法を用いると、1つの絞りフィルム
上にいくつかの結成像を容易にプリントでき、そ
の結果各グリッドの開口中に1個またはそれより
多い数の環状の絞りを形成し多絞り孔の絞りを製
造できる。さらに、対物レンズの電流を変化させ

- 11 -

この2つの照射方式とは、(1)軸性の照射と(2)相補
的な中空の円錐照射である。環状の対物レンズ絞
りによつて特徴づけられかつ変化しない光学系の
像形成部分によつてのみ解像が本質的に行なわれ
るので、これらの方法はそれぞれ超高分解像度を得
かつ色収差をきわめて少なくするのに効果的である。

この2つの操作方式は、(a)像のコントラストおよび
(b)移送できる空間振動数バンドに於て異なる。

本発明によれば、これらの方式の2つの考えら
れる組合わせすなわちそれぞれ第1図および第9
図に示された(1)中空の円錐照射—環状の対物レン
ズ絞り、および(2)軸性の照射—環状の対物レン
ズ絞りの組合せが利用できる。

並列の照射条件下で環状の対物レンズ絞りのみ
を使用すると、(a)暗い(低いノイズの)バックグ

- 13 -

特開昭48-85069(4)

ることにより、集束レンズの同一の環状絞り機構か
らいろいろな大きさの像を印することができる。

高分解像度¹⁵⁰及中加速度(150KV)で操作する際
に、普通の像形成方式である相コントラスト方式
において操作される非常に高分解像度の電子顕微鏡
の解像限界は、対物レンズの色収差によつて決定
される。しかし上記の解像度の限界は、対物レン
ズの同じ区域を通過する電子、すなわち光軸から
同じ距離をもつ電子のみが像形成に参加せしめる
ならば、取除く事が可能となる。このような状態
は、環状の対物レンズ絞りを使用することによつ
て、達成できる。

この型の環状の対物レンズ絞りは、試料照射の
種類に依存して2つの基本的異なる操作方式を
行いうる電子顕微鏡に使用できる。

- 12 -

ラウンド上に像が現われるためきわめて高いコン
トラスト、(b)色収差の影響が除かれるため高い解
像度、(c)選択された範囲の相反空間振動数のみの
像、したがつて結晶および試料の方位決定を定量的
に行なえる可能性、および(d)個々の微小結晶の
定量的方位配向決定に有用であるブラッグ(Bragg)
の回折像移動効果による焦点のはずれ(defocus)
をもつ制限視野顕微鏡検査(SZDF)を行なうこと
ができる。

制限視野顕微鏡検査に於いてなされるような普
通の円形集束レンズ絞りとともに環状の対物レン
ズ絞りを使用する利益は、文献、Klaus Heineman
および Helmut Pöppel, Selected Zone Dark
Field Electron Microscopy⁹, Applied
Physics Letters・1978年2月1日発行に

- 14 -

説明されている。

第1図に例示された第1の方式すなわち中空の円錐照射一環状の対物レンズ絞りにおいて、第1図に示されるような環状の集束レンズ絞りを用いる電子顕微鏡に中空の円錐照射を適用する。この場合ゼロ次の回折は対物レンズの環状区域を通る。この方法の特徴は、ゼロ次の回折が対物レンズを通る環状区域が環状の対物レンズ絞り21により遮られた区域と同一であるということである。したがって、この方式において2つの相補的な環状絞り孔の絞り、すなわち1つは照射系にそして1つは像形成系に同時に使用する。

円錐状の試料照射を環状の対物レンズ絞りとともに使用すると、環状の集束レンズ絞り15の大きさ(相対的な試料の差異)により決定される最



- 15 -

り)を第9図に例示する。この方式を実施する装置は、電子源、集束レンズ50と円形の絞り54をもつ集束レンズ絞りプレート52を含む。試料50の他の側に対物レンズ58、環状の絞り62をもつ対物レンズ絞りプレート60と像面64が位置する。

この方式において、絞りプレート50の中央部63によりゼロ次の回折はさえぎられ(暗視野顕微鏡検査の標準)環状の対物レンズ絞り62は像形成のためだけの特定の対物レンズ区域を通過する。この方法は制限視野顕微鏡検査と呼ばれていた。通常の方式の顕微鏡検査と対照的に、この方式は典型的な相コントラスト暗視野法である。試料で回折され、対物レンズを通過して同じ区域において(同じ開口角 θ で)方位的に異なる位



- 17 -

大より小さいかなる空間振動数もほとんど理想的に均一なコントラストで移送される。しかしながら、これは暗視野方式であるので、普通の暗視野操作方式と比較したとき、コントラストにおける増大はない。これに対して、環状の集束レンズ絞り15の開いた面積は、同程度の能力を有する従来の平円盤状の絞りの開いた面積と比較すると非常に大きい(ほぼ2倍の大きさ)という事実からビームの強さは著るしく増大する。したがって、顕微鏡を非常に低いビーム電流を用いて操作できるので、異常なビーム・エネルギー拡大効果(Boersch効果)を避けることができる。この事は前述の有効色収差の低下と相まって、非常に重要な意義な事である。

第2の方式(軸性の照射一環状の対物レンズ絞



- 18 -

置にくる2つのビーム間の干渉が上記の像である。結局、小さな絞りの軸が著るしく移送しうる空間振動のバンドの幅を制限する。この事は、もし非晶質の試料が観察されるとき、試料の断面間の事実上すべての距離が生じ、これらを解像しなくてはならないときには、望ましくないであろう。

しかし、結晶質の試料が観察され、明確な対物距離、整列した原子面の相互の面の距離のみが必要でありかつ有効に像形成されるとき、環状の対物レンズ絞り直径が適切に選定されるとき、このような像は暗視野顕微鏡検査において期待されるように著るしく高いコントラストで生ずる。

2つの非対称的に回折されたビーム、すなわち分離する距離は同じであるが方位配向が異なる格子面の2つの異なる重なった組においてブラッグ



- 18 -

の回折をした2つのビームの間の干渉も生じうる。
環状の対物レンズ絞りがこのようなもしくは類似するセル寸法の結晶質の材料における〔111〕ブラッグ回折用に設計されたとき、上記の干渉は、たとえば、〔110〕配向f.c.c.結晶において、通常の(金よび(220))の〔111〕格子面とともに(200)格子面の「仮」像が同時に生ずる。

軸性照射における環状の対物レンズ絞りの使用は結晶学的格子面の高解像に価値あるばかりでなく、その絞りは微小結晶の結晶学的配向を決定しなければならぬときに有利に使用できる。これはセルの格子面を直接に像形成せしに行なうことができる。

本発明の好ましい態様についての上記説明を脱ぬば上に開示した本発明の変更は当業者には容易に考えられうるので、この説明は本発明の例示のためのも

配(3)の電子顕微鏡。

- (6) 集束レンズ絞りの面中に環状の絞りを位置させて中空の電子の円錐を形成し、焦点を合わせた顕微鏡の対物レンズ絞りの面および該電子の道の中に第1の金属層を位置させて該電子に照射された区域中の第1の該金属層上に残留ガス分子の混成層を形成し、この混成層によつてカバーされていない第1の金属層の表面の部分上に第2の金属層を位置させ、そしてこの複合構造体の該第2の金属層の反対側を、該第1の金属層および該混成層を越える深さにエッチングする諸工程からなる環状の絞りをもち電子顕微鏡の対物レンズ絞りプレートに形成する方法。
- (7) 該第2の金属層上に第3の金属層を蒸着して得られた絞りプレートに安定性を加える工程を

特開48-85069(6)
のであつて、本発明を制約するものでない。したがつて、前記特許請求の範囲は本発明の精神と範囲に入るすべての変更を含む。

本発明の実施態様は次のとおりである。

- (1) 電子の流れを発生する電子源、該電子の流れを試料へ集めるための集束レンズ、該試料を透過する電子を像面へ集めるための環状の対物レンズ絞りをもち対物レンズからなる電子顕微鏡。
- (2) 該集束レンズが円形の絞りをもち上記(1)の電子顕微鏡。
- (3) 該集束レンズが環状の集束レンズ絞りを含み、集められた電子の流れを中空の円錐形にする上記(1)の電子顕微鏡。
- (4) 該対物レンズが該対物レンズ絞りを通るゼロ次(zero order)の回折された電子を集める上

さらに含む上記(4)の方法。

- (5) 該第1の金属層が傾けられ、該第2の金属層が該第1の金属層上に電気的に成長した銅からなる上記(4)の方法。
- (6) 該第1の金属層の厚さが少なくとも300Åであり、そして該第2の金属層の厚さが少なくとも5000Åである上記(5)の方法。
- (7) 該エッチング工程が該第1の金属層および該混成層をイオンで衝撃することによつて達成される上記(4)の方法。

4. (図面の簡単な説明)

第1図は、本発明による一組の環状の絞りをもち電子顕微鏡を概略的に示す断面図である。

第2図は、第1図に示した顕微鏡に使用する環状の集束レンズ絞りの部分平面図である。

